

TOOTH PASTE

Publication number: JP2233608 (A)

Publication date: 1990-09-17

Inventor(s): SUTEIIBUN JIYON REIBEN +

Applicant(s): UNILEVER NV +

Classification:

- **international:** **A61K8/21; A61K8/24; A61K8/34; A61Q11/00; A61K8/19; A61K8/30; A61Q11/00;** (IPC1-7): A61K7/18

- **European:** A61K8/21; A61K8/24; A61Q11/00

Application number: JP19900015960 19900125

Priority number(s): GB19890001587 19890125

Abstract of **JP 2233608 (A)**

PURPOSE: To prepare a stable toothpaste, comprising a finely divided particulate abrasive cleaning agent dispersed in the liquid phase, an alkaline trimetaphosphate and a water-soluble fluoride and containing the alkali trimetaphosphate present in a partially insoluble form in the liquid phase. **CONSTITUTION:** This toothpaste comprises a finely divided abrasive cleaning agent stably dispersed in the liquid phase, an alkali trimetaphosphate (TMP salt) and a water-soluble fluoride and contains the alkali trimetaphosphate present in a partially insoluble form in the liquid phase (preferably at 0% ratio of the TMP salt dissolved in the liquid phase). The toothpaste is capable of sustaining anticarious effects due to no loss of the water-soluble fluoride and the TMP during the storage without causing chemical interaction between the fluoride ions and TMP ions.; At least 40% glycerol or at least 50% sorbitol syrup is formulated as a humectant in the liquid phase with the toothpaste.

⑫ 公開特許公報(A) 平2-233608

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)9月17日

A 61 K 7/18

6971-4C

審査請求 未請求 請求項の数 6 (全6頁)

⑮ 発明の名称 練り歯磨

⑯ 特 願 平2-15960

⑰ 出 願 平2(1990)1月25日

優先権主張 ⑱ 1989年1月25日 ⑲ イギリス(GB) ⑳ 8901587.9

⑳ 発 明 者 ステイーブン・ジョー イギリス国、エル・66・0・ディー・イー、マージーサイ
ン・レイベン ド、ウイラル、ヘスウォール、ロツキー・レーン・サウ
ス、16・エイ

㉑ 出 願 人 ユニリーパー・ナーム オランダ国、ロッテルダム、バージミースターズ・ヤコブ
ローゼ・ベンノートシ プレーン・1
ヤーブ

㉒ 代 理 人 弁理士 川口 義雄 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

練り歯磨

2. 特許請求の範囲

(1) 液相中に安定に分散した微細な固体粒子状の研磨清浄剤と、抗齲食有効量のアルカリ金属三メタリン酸塩及び水溶性フッ化物塩とを含有する練り歯磨であって、該練り歯磨の液相中にアルカリ金属三メタリン酸塩が少なくとも部分的に不溶性の形態で存在することを特徴とする練り歯磨。

(2) 液相に溶解したアルカリ金属三メタリン酸塩の比率が練り歯磨中のアルカリ金属三メタリン酸塩の全量の80%未満であることを特徴とする請求項1に記載の練り歯磨。

(3) 比率が25%未満であることを特徴とする請求項1に記載の練り歯磨。

(4) 比率が10%未満であることを特徴とする請求項1に記載の練り歯磨。

(5) 比率が0%であることを特徴とする請求項1に記載の練り歯磨。

(6) 液相が保湿剤として少なくとも40%のグリセロールまたは少なくとも50%のソルビトールシロップを含有することを特徴とする請求項1に記載の練り歯磨。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、歯磨、特に練り歯磨組成物に係わる。

練り歯磨組成物は普通主要な構成要素として、主に微細な固体粒子状の研磨清浄剤から成る固相と、主に保湿剤及び水から成る液相とを含む。固相は、いわゆる結合剤によって液相中に均質かつ安定に分散した状態に維持される。

現在市販されている練り歯磨の殆どは、口腔の健康を何等かの点で増進する1種以上の物質も含有する。なかでも、齲食を抑制する薬物はきわめて盛んに用いられる。齲食の抑制のためには、水中にF⁻イオンを放出する水溶性フッ化物塩、特に

フッ化ナトリウムが広く用いられている。練り歯磨中に用いることが提案されているその他の抗齲食薬のなかに、アルカリ金属の三メタリン酸塩(TMP)が有る。そのうち最も良く知られているのが三メタリン酸ナトリウムで、これは式 $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_9$ を有する水溶性の環状縮合リン酸塩である。米国特許第4 132 733号(Best et al.)及び米国特許第3 699 220号(Weststrate et al.)には、三メタリン酸塩を20%以下の量で含有する練り歯磨調製物が開示されている。

一つの製品においてフッ化物塩とTMP塩とを配合すれば特に有用な抗齲食性練り歯磨が得られると考えられる。しかし、そのような配合を行なうとフッ化物イオンとTMPイオンとの間に化学的相互作用が生じ、その結果練り歯磨が貯蔵されている間に活性治療薬、即ち水溶性フッ化物及びTMPがかなり失われることが判明した。

本発明は、練り歯磨が貯蔵されている間にTMP

磨の保湿剤成分の特性及び量に強く影響される。

練り歯磨に最も普通に用いられる保湿剤はグリセロールと70%ソルビトール溶液とであり、後者は通常ソルビトールシロップと称する。TMP塩は、ソルビトールシロップよりもグリセロールの方に溶解しにくい。本発明による練り歯磨の保湿剤は望ましくは、少なくとも50重量%、好ましくは60重量%のソルビトールシロップか、少なくとも40重量%、好ましくは50重量%のグリセロールを含む。当然ながら、本発明は保湿剤としてグリセロール及び／またはソルビトールシロップを用いることに限定されるものでなく、他の保湿剤を用いることも可能である。しかし、上述のようにグリセロール及びソルビトールシロップは練り歯磨の製造において実際にきわめて広く用いられているので、以下の説明では主としてグリセロール及びソルビトールシロップを用いる場合について述べる。

イオンと別の練り歯磨成分、特にフッ化物イオンのような第二の治療薬とが反応する可能性に起因する安定性の問題を軽減することに係わる。研究の結果、TMP塩が練り歯磨の液相中に少なくとも部分的に不溶性の形態で存在すれば、より優れた安定性を有する有効な治療的練り歯磨が得られると判明した。

本発明による練り歯磨は、抗齲食有効量のTMP塩及び該TMP塩と反応する別の練り歯磨成分を他の固体及び液体成分と混合することを含む方法によって製造し、その際練り歯磨の諸成分は、TMP溶解度試験として後段に詳述するようにTMP塩を練り歯磨のあらゆる水溶性、水混和性及び水性成分と配合し、得られた混合物を平衡させた時に80%未満のTMP塩が溶解するように選択する。

抗齲食有効量のTMP塩は練り歯磨全体の0.01~20重量%、好ましくは0.2~15重量%であり得る。

TMP溶解度試験で溶解するTMP塩の量は、練り歯

磨の液相の非イオン性を高める練り歯磨成分を用いることによって、TMP溶解度試験で溶解するTMP塩の比率を低下させ得ることも判明した。上記のような成分には、ポリエチレングリコール及び低級脂肪族アルコール、特にエタノールが含まれる。ポリエチレングリコールと低級脂肪族アルコールとの混合物を用いることも可能である。用いるポリエチレングリコールは固体であっても液体であってもよい。同じ目的に有用な別の成分に尿素が有る。このような成分は練り歯磨に、約1重量%から約20重量%の量で含有させ得る。

本発明の好ましい練り歯磨では、TMP溶解度試験で溶解するTMP塩の比率は実質的に80%未満で、例えば50%未満、特に25%未満である。更に好ましい練り歯磨ではこの比率は10%未満であり、実質的に0%であれば最高の安定性が得られる。

先に触れたTMP溶解度試験は次のように実施する。TMP塩を、練り歯磨のあらゆる水混和性、水

溶性及び水性成分と配合する。混合物を攪拌し、周囲温度(約25℃)で16時間放置して平衡させる。その後、混合物を遠心分離し、上澄み液を集める。得られた液相を、イオン交換クロマトグラフィーを用いてTMPに関して分析する。本発明の練り歯磨は、このTMP溶解度試験で上澄み液中に80%未満のTMP塩が存在するように成分を選択して製造する。

本発明の練り歯磨の一例では、TMP塩と反応する練り歯磨成分は第二の治療薬で、好ましくはフッ化物イオン源であり、このフッ化物イオン源は生理学的に許容可能な任意のフッ化物塩であり得る。練り歯磨に含有させるそのような塩は、文献に多数提案されている。特に好ましいのはフッ化ナトリウムである。

本発明による練り歯磨は普通、粒状の固形研磨清浄剤を含有する。通常用いる研磨剤には、シリカ、アルミナ、アルミナ水和物、炭酸カルシウム、

ス、アルジネート及びカラゲナンなどを挙げることができる。シリカ増粘剤には、シリカエーロゲル及び様々な沈降シリカが含まれる。結合剤及び増粘剤の混合物を用いることも可能である。歯磨に含有させる結合剤の量は、通常0.1~10重量%である。

練り歯磨には普通界面活性剤を含有させるが、この界面活性剤についても非常に様々な適当物質が文献に開示されている。実際に広く用いられている界面活性剤は、ラウリル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム及びラウロイルサルコシン酸ナトリウムである。

他のアニオン性界面活性剤を用いることも、またカチオン性、両性及び非イオン性界面活性剤のような他の種類の界面活性剤を用いることも可能である。界面活性剤は普通、練り歯磨の0.5~5重量%の量で存在する。

練り歯磨に普通用いられる香料は、スベアミン

無水リン酸二カルシウム、リン酸二カルシウム二水和物及び非水溶性のメタリン酸ナトリウムが含まれる。研磨剤の量は普通、練り歯磨の5~70重量%である。

先に述べたように、通常用いる保湿剤はグリセロール及びソルビトールシロップ(普通約70%の溶液が含まれる)である。しかし、プロピレングリコール、ラクチトール、キシリトール及び水素化コーンシロップを含めた他の保湿剤も当業者に公知である。本発明による練り歯磨に用いる保湿剤の量は公知のTMP含有練り歯磨の製造での用量より多く、通常練り歯磨の約85重量%にも達する。

多くの結合剤または増粘剤が練り歯磨用として提示されており、そのうちの好ましいものはヒドロキシエチルセルロース、カルボキシメチルセルロースナトリウム及びキサントガムである。その外、トラガカントガム、カラヤガム及びアラビアゴムのような天然ゴム結合剤、アイリッシュモ

ト油及びペパーミント油をベースとする香料である。用いられるその他の香味物質としては、例えばメントール、チョウジ油、冬緑油、ユーカリ油及びアニス実が挙げられる。練り歯磨に含有させる香料の適当量は0.1~5重量%である。

本発明の練り歯磨には、非常に様々な任意の練り歯磨成分を含有させ得る。それらは例えば、モノフルオロリン酸ナトリウムのような、更に別の抗龋食薬としてのモノフルオロリン酸塩；サッカリンのような甘味料；二酸化チタンのような乳白剤；ホルマリンのような保存料；着色料；または酸、塩基、もしくは水酸化ナトリウムなどの緩衝液のようなpH調節剤といった成分である。2',4,4'-トリクロロ-2-ヒドロキシジフェニルエーテルのような抗菌剤も含有させ得る。

練り歯磨組成物の調製についてより良く検討するために、Harry's Cosmeticology, Seventh Edition, 1982, Edited by J. B. Wilkinson and

R. J. Moore, pp. 809-817を参照する。

本発明による練り歯磨のpHは、望ましくは約4から約10である。溶解度試験において相当量のTMPが溶解する場合、pHは好ましくは少なくとも6である。

本発明による練り歯磨は通常のように使用する。口内にもたらされると、不溶性のTMP塩が口腔液に溶解し、治療効果を発揮し得るようになる。

本発明を、以下の実施例によって詳述する。示したパーセンテージは重量による。

実施例1

次の諸成分を通常のように混合して練り歯磨を製造する。

| 成分 | % |
|-----------------|-------------|
| シリカセロゲル(研磨剤) | 10.00 |
| 沈降シリカ(増粘剤) | 10.00 |
| グリセロール | 58.00 |
| ポリエチレングリコール1500 | 5.00 |
| カルボキシメチルセルロース | |
| ナトリウム | 0.50 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1.50 |
| 三メタリン酸ナトリウム | 3.00 |
| フッ化ナトリウム | 0.154 |
| サッカリンナトリウム | 0.05 |
| 水酸化ナトリウム | 0.05 |
| オルトリン酸三ナトリウム | 0.06 |
| 二酸化チタン | 1.00 |
| 香料 | 1.00 |
| 脱イオン水 | 100.00となるまで |

TMP溶解度試験の実施に当たって、三メタリン酸ナトリウムをあらゆる水混和性、水溶性及び水性成分と、即ち2種のシリカ、カルボキシメチルセルロースナトリウム、二酸化チタン及び香料を除いた全成分と配合する。試験を実施すると、80

%未満の三メタリン酸ナトリウムが溶解する。

実施例2

練り歯磨を実施例1でと同様にして製造するが、グリセロールは55.00g用い、また5%の水を同重量のエタノールによって置き換える。

実施例3

練り歯磨を実施例1でと同様にして製造するが、グリセロールの量は48.00gとする。

実施例4

練り歯磨を実施例1でと同様にして製造するが、10.00gのグリセロールを10.00gのソルビトールシロップ(70%溶液)によって置き換える。

実施例5

練り歯磨を実施例1でと同様にして製造するが、フッ化ナトリウムの量は0.11gとする。

実施例6

練り歯磨を実施例1でと同様にして製造するが、フッ化ナトリウムの量は0.22gとする。

実施例7

練り歯磨を実施例1でと同様にして製造するが、フッ化ナトリウムの量は0.33gとする。

実施例2～7のいずれの場合も、TMP溶解度試験で溶解する三メタリン酸ナトリウムの比率は80%未満である。

フッ化物イオンとTMPイオンとの相互作用の程度は、いずれか一方のイオンの濃度を測定することによってモニターできる。しかし、フッ化物イオンの損失を測定する方がTMPイオンの損失を測定するより容易である。

様々な保湿液を、2100ppmのF⁻に対応する量のNaF及び4.6%のTMPと配合し、25℃で6週間貯蔵する実験を行なった。その結果、F⁻濃度、従ってTMP安定性は保湿剤が100%ソルビトールシロップである場合の方がソルビトールシロップの50%水溶液である場合よりも高く、また保湿剤がグリセロールの60%水溶液である場合の方が、保湿剤が

30%のグリセロールを含有する場合よりも高いことが判明した。

別の実験では、4.1%の三メタリン酸ナトリウムが、ソルビトールシロップの40%水溶液またはグリセロールの30%水溶液に25℃で溶解し得るほぼ最大の量であることが判明した。

実施例B

次のような組成を有する7種の練り歯磨を、異なる温度で3ヵ月間貯蔵した。

成分

| | A | B | C | D | E | F | G |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| シリカセロガル | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| 沈降シリカ | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 | 10.00 |
| グリセロール | 58.00 | 53.00 | 48.00 | 58.00 | 48.00 | — | 55.00 |
| ポリエチレングリコール1500 | 5.00 | 5.00 | 5.00 | 5.00 | 5.00 | 5.00 | 5.00 |
| カルボキシメチルセルロース | — | — | — | — | — | — | — |
| ナトリウム | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 | 0.50 |
| 二酸化チタン | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| ラウリル硫酸ナトリウム | 1.50 | 1.50 | 1.50 | 1.50 | 1.50 | 1.50 | 1.50 |
| サッカリン | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 | 0.30 |
| フッ化ナトリウム | 0.22 | 0.22 | 0.22 | 0.33 | 0.33 | 0.33 | 0.33 |
| オルトリン酸三ナトリウム | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.06 |
| 水酸化ナトリウム | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 | 0.07 |
| 三メタリン酸ナトリウム | 3.00 | 3.00 | 3.00 | 3.00 | 3.00 | 3.00 | 3.00 |
| エタノール | — | — | — | — | — | — | — |
| 香料 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 | 1.00 |
| ソルビトール | — | — | — | — | 10.00 | 68.00 | — |
| 酸イオン水 | 100とな | 100とな | 100とな | 100とな | 100とな | 100とな | 100とな |
| | るまで | るまで | るまで | るまで | るまで | るまで | るまで |

残留フッ化物及びTMPを測定した。結果を表Iに示す。

表 I

貯蔵データ: F(ppm)/TMP(%)

| | A | B | C | D | E | F* | G* |
|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|------|
| 6℃ | 1023 | 3.0 | 927 | 3.0 | 905 | 3.0 | 1396 |
| 20℃ | 1021 | 2.9 | 908 | 2.9 | 900 | 2.5 | 1397 |
| 37℃ | 1121 | 2.7 | 869 | 2.7 | 921 | 2.7 | 1236 |

*: 2ヵ月間のみ貯蔵

A及びCは、20℃で12ヵ月間貯蔵後、残留F濃度980及び860をそれぞれ有した。

出願人 ユニリーパー・ナムローゼ
・ベンゾートシャープ
代理人 弁理士 川 口 義 雄
代理人 弁理士 中 村 至
代理人 弁理士 船 山 武